

**METHOD FOR PRODUCING SILICA SOL**

**Publication number:** JP2003221222  
**Publication date:** 2003-08-05  
**Inventor:** KOGA YOSHIAKI (JP)  
**Applicant:** TOKUYAMA CORP (JP)  
**Classification:**  
- **international:** **C01B33/143; C01B33/00; (IPC1-7): C01B33/143**  
- **european:**  
**Application number:** JP20020021879 20020130  
**Priority number(s):** JP20020021879 20020130

**Report a data error here**

**Abstract of JP2003221222**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To efficiently produce silica sol which is uniform, substantially free from gelled matter, and not gelling in a short period of time, in the method for obtaining silica sol by contacting a sodium silicate solution with a mineral acid, both fed using a Y-shaped reactor.

**SOLUTION:** In this method for producing silica sol, a Y-shaped reactor is used where two raw-material supply tubes confluent and a discharge tube is connected at the meeting place. A mineral acid and a sodium silicate solution are each supplied via the raw material supply tubes. A reaction product obtained by contacting both components at the meeting place is made to flow out from the discharge tube at a flow rate of  $\geq 1.0$  m/s.

**COPYRIGHT:** (C)2003,JPO

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-221222

(P2003-221222A)

(43) 公開日 平成15年8月5日 (2003.8.5)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

タームコード\* (参考)

C 0 1 B 33/143

C 0 1 B 33/143

4 G 0 7 2

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2002-21879(P2002-21879)

(22) 出願日 平成14年1月30日 (2002.1.30)

(71) 出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県周南市御影町1番1号

(72) 発明者 古賀 義明

山口県徳山市御影町1-1 株式会社トク  
ヤマ内

Fターム(参考) 4G072 AA28 CC01 GG03 GG04 HH21

JJ15 PP01 RR30 SS02 SS07

(54) 【発明の名称】 シリカゾルの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 Y字型の反応装置に鉍酸と珪酸ソーダ溶液を供給し、接触させてシリカゾルを得る方法において、実質的にゲル化物を含まず、均質であって、かつ短時間でゲル化しないシリカゾルを効率よく製造する方法を提供する。

【解決手段】 2つの原料供給管が合流し、該合流部にて1つの排出管と連結してなるY字型の反応装置を使用し、該反応装置の原料供給管から鉍酸と珪酸ソーダ溶液を各々供給し、上記合流部にて、両成分を接触させて得られた反応生成物を流速1.0 m/秒以上で排出管から流出させるシリカゾルの製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 2つの原料供給管が合流し、該合流部にて 1つの排出管と連結してなる Y字型の反応装置を使用し、該反応装置の原料供給管から鉍酸と珪酸ソーダ溶液を各々供給し、上記合流部にて、両成分を接触させて得られた反応生成物を流速 1.0 m/秒以上で排出管から流出させることを特徴とするシリカゾルの製造方法。

【請求項 2】 鉍酸が 2～7 N であって、珪酸ソーダ溶液中の  $\text{SiO}_2$  成分の含有量が 100～300 g/L であることを特徴とする請求項 1 記載のシリカゾルの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、Y字型の反応装置を使用したシリカゾルの新規な製造方法に関する。詳しくは、Y字型の反応装置に鉍酸と珪酸ソーダ溶液とを供給し、接触させてシリカゾルを得る方法において、反応生成物時に微細なゲル化物の発生を防止し、均質なシリカゾルを効率よく製造することができるシリカゾルの製造方法を提供するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、工業的に製造されるシリカゾルは、攪拌中の鉍酸に珪酸ソーダ溶液を添加する方法、イオン交換樹脂を用いて珪酸ソーダ水溶液から製造する方法、アルキルシリケートを酸あるいはアルカリにより加水分解する方法等により製造されてきた。

【0003】 その中で、我々は、シリカゾルを簡易的に製造するため、2つの原料供給管が合流し、該合流部にて排出管と連結してなる Y字型の反応装置を使用して、高濃度の鉍酸と珪酸ソーダ溶液とを 1.0 m/秒以上の流速で接触させることにより、高濃度のシリカゾルを効率よく製造する方法を見出し提案した（特開昭 61-227915 号）。上記方法の目的は、このようにして得られた高濃度のシリカゾルより均質なシリカゲルを得ることである。

【0004】 近年、シリカゾルの用途として、シリカゲルの原料に使用される濃度よりも希薄な溶液を原料とする、水処理剤、製紙用等がある。これらの用途においては、ゲル化物を実質的に含まない均質なシリカゾルであって、数分間でゲル化することも無く、そのゾルの粘度が 6～30 mPa・s 程度にコントロールされたシリカゾルが望まれる。そのため、これらの用途に適用したシリカゾルを得るためには、特開昭 61-227915 号の実施形態よりも、鉍酸の濃度が低く、珪酸ソーダ溶液の  $\text{SiO}_2$  含量を低い原料が使用される。

【0005】 そこで、我々は、上記用途に適用したシリカゾルを得る目的で、前記 Y字型の反応装置を使用し、鉍酸の濃度、珪酸ソーダ溶液の  $\text{SiO}_2$  含量の低い原料を用いてシリカゾルの製造を試みた。しかしながら、得られたシリカゾルは一部微細なゲル化物を含むた

め、上記用途の原料としてはそのまま使用することが出来ず、ゲル化物を実質的に含まない均質なシリカゾルの製造方法の開発が望まれていた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 従って、本発明の目的は、Y字型の反応装置を使用して、微細なゲル化物を実質的に含まない均質なシリカゾルを、効率よく製造できる方法を提供するものである。

## 【0007】

10 【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を続けてきた。その結果、Y字型の反応装置において、鉍酸と珪酸ソーダ溶液とが衝突混合後、反応液は排出管内を満ちし液流として流出するが、その際の流速が遅い場合は、混合が十分に行われず、微細なゲル化物が生成し易い状態になるとの知見を得た。そして、かかる知見に基づき、更に研究を重ねた結果、鉍酸と珪酸ソーダ溶液を接触させて得られる反応生成物を特定の流速以上で流出させることにより、鉍酸と珪酸ソーダ溶液が十分に混合されゲル化物の発生もなく、均質なシリカゾルを製造できることを見出し、本発明を提案するに至った。即ち本発明は、2つの原料供給管が合流し、該合流部にて 1つの排出管と連結してなる Y字型の反応装置を使用し、該反応装置の原料供給管から鉍酸と珪酸ソーダ溶液を各々供給し、上記合流部にて、両成分を接触させて得られた反応生成物を流速 1.0 m/秒以上で排出管から流出させることを特徴とするシリカゾルの製造方法である。

## 【0008】

【発明の実施の形態】 以下本発明を詳細に説明する。

30 【0009】 本発明に用いる Y字型の反応装置としては、基本的には 2つの原料供給管が合流し、該合流部にて 1つの排出管と連結した構造を有する。図 1 に本発明に使用する Y字型の反応装置の例を示す。図 1 に示すように、この Y字型の反応装置は、鉍酸または珪酸ソーダ溶液が供給される原料供給管 1、1' が合流し、合流部 3 にて排出管 2 が連結してなる。また、この Y字型の反応装置は、原料供給管 1、1' において、原料の流速を調整するための絞り部 4、4' を設けたものを使用することができる。

40 【0010】 本発明に用いる鉍酸としては、例えば硫酸、塩酸、硝酸等が挙げられ、特に硫酸が好適に用いられる。また、均質であって短時間でゲル化しないシリカゾルを得るためには、鉍酸の濃度は 2～7 N、特に 3～6 N が好ましい。

50 【0011】 本発明に用いる珪酸ソーダ溶液は、一般式  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  で示される水溶性の珪酸ソーダで該溶液の  $\text{SiO}_2$  と  $\text{Na}_2\text{O}$  のモル比 ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ) が 2.5～4.0 のものが使用される。また、均質であって短時間でゲル化しないシリカゾルを得るためには、 $\text{SiO}_2$  成分の含有量は 100～300 g/L、特

に200~290g/Lが好ましい。

【0012】上記濃度の鉍酸及び珪酸ソーダ溶液を原料として、特開昭61-227915号の実施例に記載されている条件でシリカゾルを製造したところ、得られたシリカゾル中に微細なゲル化物が生成し、水処理剤、製紙用等の原料として使用する場合、有効なシリカ量の減少を招くばかりでなく、該ゲル化物を除去するための工程を別途必要とした。そのため、Y字型の反応装置を用いて、ゲル化物の出来ない均質なシリカゾルを得るために様々な検討を行ったところ、本発明にあっては、鉍酸と珪酸ソーダ溶液を接触させて得られた反応生成物を流速1.0m/秒以上で排出管から流出させ、合流部にて十分混合させることにより、微細なゲル化物が生じる問題を解決した。

【0013】即ち、本発明の最大の特徴は、図1に示すようなY字型の反応装置を使用して、鉍酸と珪酸ソーダ溶液を接触させて得られた反応生成物を流速1.0m/秒以上、好ましくは1.3m/秒以上で排出管から流出させることにある。該反応生成物の流速が1.0m/秒未満の場合は、供給する原料の流速を上げて衝突による混合を強く行っても微細なゲル化物の発生を抑えることができない。一方、該反応生成物を流出させる流速の上限については制限されないが、一般には20m/秒で、それ以上速くすることはポンプの多大エネルギーを必要とし、また効果も同様となり、それ以上の効果を得ることはできない。

【0014】本発明において、均質なシリカゾルが得られる効果は、Y字型の反応装置を使用して、鉍酸と珪酸ソーダ溶液を衝突させることによる混合と、得られる反応生成物の流速を早くすることによる反応系の混合との相乗効果によって得られる。

【0015】本発明において、該反応生成物を流速1.0m/秒以上で流出させる態様は特に制限されることはないが、具体的には、絞り部4、4'から供給される液量の合計より、排出管内の流速が1.0m/秒以上になるように、原料の供給量、排出口径等を決定してやればよい。

【0016】本発明において、原料供給管に各々供給される鉍酸と珪酸ソーダ溶液の流速は特に制限されるものではないが、絞り部の流速が鉍酸、珪酸ソーダ溶液ともに5m/秒以上、好ましくは7m/秒以上、更に好ましくは10m/秒以上であることが、合流部3にて、均一な反応を行うことができるため好ましい。なお、この方法においては、鉍酸と珪酸ソーダ溶液の両成分が上記の流速であることが均質なシリカゾルを得るためには好ましい。

【0017】本発明において、Y字型の反応装置の絞り部4、4'の流出口から合流部3までの距離Rは、絞り部径d1、d1'の1~9倍(R/d1またはd1'=1~9)であることが、均質なシリカゾルを得るために

好ましい(ただし、絞り部4の流出口から合流部3までの距離と、絞り部4'の流出口から合流部3までの距離は等しい)。

【0018】本発明に用いるY字型の反応装置の材質は、鉍酸、珪酸ソーダ溶液等の耐薬品性に優れたものであれば例えばガラス、金属、プラスチック、ゴム等の公知のものが特に制限なく使用できる。

【0019】本発明において、Y字型の反応装置を組み入れた工程を具体的に示せば、図2に示すように鉍酸と珪酸ソーダ溶液を原料供給管1、1'に供給するための原料貯槽5、5'及びポンプ6、6'等の原料移送手段が、一方シリカゾル排出管2の後には、得られたシリカゾルを貯蔵しておくためのシリカゾル貯槽7が接続したものが一般的である。

【0020】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。

【0021】実施例1

大きさ80×80mmのY字型の反応装置を使用し、4.16Nの硫酸を絞り部径4mmに9.2L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が271.4g/Lの珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)4.2mmに11.34L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を2.5、排出口径15mm、排出時の流速1.9m/秒にして、10分反応させ、205Lのゲル化物のない均質なシリカゾルを得た。

【0022】そのシリカゾル中のSiO<sub>2</sub>濃度は14.9g/100mlで、pHは1.39であった。その結果を表1に示す。

【0023】実施例2

実施例1と同じ濃度の硫酸、珪酸ソーダ水溶液を使用して、硫酸を9.5L/min.、珪酸ソーダ溶液を10.8L/min.で各々供給し、排出口径14mm、排出時の流速2.2m/秒にした以外は実施例1と同様の操作を行った。その結果を表1に示す。

【0024】実施例3

大きさ40×40mmのY字型の反応装置を使用して、4.07Nの硫酸を絞り部径2.4mmに3.09L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が265.8g/Lの珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)2.6mmに3.73L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を3.8、排出口径9mm、排出時の流速1.8m/秒にして、25分反応させ、170Lのゲル化物の無いシリカゾルを得た。その結果を表1に示す。

【0025】実施例4

4.24Nの硫酸を絞り部径1.4mmに1.05L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が271.7g/L

の珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)1.2mmに1.2L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を8.3、排出口径6mm、排出時の流速1.3m/秒にした以外は実施例3と同様の操作を行った。その結果を表1に示す。

#### 比較例1

実施例1と同じ大きさのY字管反応装置を用いて、4.12Nの硫酸を絞り部径4mmに10L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が270g/Lの珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)4mmに11.5L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を6.3、排出口径30mm、排出時の流速0.51m/秒とした以外は実施例1と同様の操作を行った。得られた反応生成物は、反応開始時から白いゲル化物を含んでなり、そのゲル化物が反応液液面に浮かんだものであった。その結果を表1に示す。

#### 【0026】比較例2

実施例1の大きさのY字管反応装置を用いて、4.03Nの硫酸を絞り部径4mmに9.34L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が275.7g/Lの珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)4.2mmに10.7L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を2.5、排出口径\*

\*を30mm、排出時の流速0.47m/秒とした以外は、実施例1と同様の操作を行った。得られた反応生成物は、反応開始時よりゲル化物を含んでいた。その結果を表1に示す。

#### 【0027】比較例3

実施例3と同じ大きさのY字管反応装置を用いて、4.03Nの硫酸を絞り部径2.4mmに3.75L/min.及びSiO<sub>2</sub>成分の含有量が275.7g/Lの珪酸ソーダ水溶液を絞り部径(d1)2.6mmに4.48L/min.で各々供給し、絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比を3.8、排出口径を14mm、排出時の流速を0.89m/秒とした以外は、実施例3と同様の操作を行った。得られた反応生成物は、反応開始時から白色のゲル化物を含んでいた。その結果を表1に示す。

#### 【0028】比較例4

実施例4において、硫酸を0.92L/min.珪酸ソーダ水溶液を1.02L/min.で各々供給し、排出口径9mmにして排出時の流速を0.51m/秒とした以外は、実施例3と同様の操作を行った。得られた反応生成物は、反応開始時から白色のゲル化物を含んでいた。その結果を表1に示す。

#### 【0029】

#### 【表1】

表1

	反 応						排出口			シリカゲル		ゲルの生成	
	硫酸			珪酸ナトリウム溶液			R */d1 *	排 出 口径 d2 (mm)	流速 (m/秒)	SiO <sub>2</sub> 含量 (g/100 ml)	pH	ゲルの 有無	ゲルの 発生 量 (%)
供給量 (L/min )	絞り部 径 d1' (mm)	流速 (m/秒)	供給量 (L/min )	絞り部 径 d1 (mm)	流速 (m/秒)								
実施 例 1	9.2	4.0	12.2	11.34	4.2	13.6	2.5	15	1.9	14.9	1.39	無	0
実施 例 2	9.5	4.0	12.6	10.8	4.2	13.0	2.5	14	2.2	14.8	1.36	無	0
実施 例 3	3.09	2.4	11.4	3.73	2.6	11.7	3.8	9	1.79	14.6	1.41	無	0
実施 例 4	1.05	1.4	11.4	1.2	1.2	17.7	8.3	6	1.33	14.5	1.86	無	0
比較 例 1	10.0	4.0	13.3	11.5	4.0	15.3	6.3	30	0.51	14.8	1.45	有	10.2
比較 例 2	9.34	4.0	12.4	10.7	4.2	12.9	2.5	30	0.47	14.7	1.42	有	5.3
比較 例 3	3.75	2.4	13.8	4.48	2.6	14.1	3.8	14	0.89	15.0	1.43	有	3.2
比較 例 4	0.92	1.4	10.0	1.02	1.2	15.0	8.3	9	0.51	14.8	1.44	有	2.2

\*絞り部の流出口から合流部までの距離(R)と絞り部径(d1)の比

#### 【0030】

【発明の効果】本発明の方法によれば、硫酸と珪酸ソーダ溶液を接触させて得られたシリカゾルを特定の流速で取り出すことにより、高濃度であって均質なシリカゾルを簡単に生成することができる。また、本発明の方法により得られたシリカゾルは、土壌固化剤、水処理の凝集剤、紙のコーティング剤、鋳物の成形助剤、シリカゲル、合成石英等の原材料として使用することができる。

#### 【0031】

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いる反応装置の代表的な1例を示す概要図である。

【図2】本発明の代表的なフロー図である。

#### 【符号の説明】

- 1、1' : 原料供給管
- 2 : 排出管
- 3 : 合流部
- 4、4' : 絞り部

(5)

特開2003-221222

8

7  
R : 絞り部の流出口から合流部までの距離  
d1、d1' : 絞り部径  
d2 : 排出口径

\* 5、5' : 原料貯槽  
6、6' : ポンプ  
\* 7 : シリカゾル貯槽

【図1】

【図2】

図1

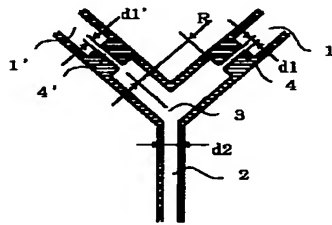
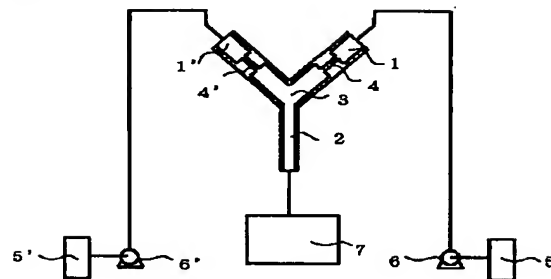


図2



BEST AVAILABLE COPY